

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-180103

(43)Date of publication of application : 26.06.2002

(51)Int.Cl.

B22F 1/00

B22F 1/02

(21)Application number : 2001-298216

(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP

(22)Date of filing : 27.09.2001

(72)Inventor : UENOSONO SATOSHI
OZAKI YUKIKO

(30)Priority

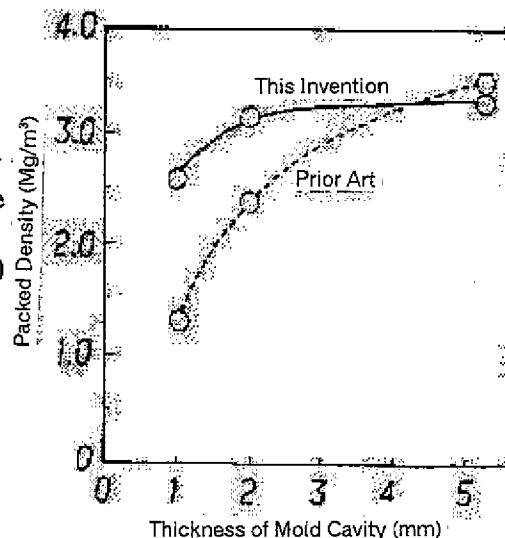
Priority number : 2000307802 Priority date : 06.10.2000 Priority country : JP

(54) IRON-BASE POWDER MIXTURE FOR POWDER-METALLURGY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an iron-base powder mixture having excellent packing property and excellent compressibility.

SOLUTION: The iron-base powder mixture has ≥ 3.1 Mg/m³ apparent density and consists of iron-base powder having surface to which alloying powder or further machinability-improving powder is allowed to adhere by means of a binder, and a free lubricant. The iron-base powder is composed of atomized iron powder having particle-size distribution containing ≤ 0.5 mass% of particles of ≥ 180 μ m particle size, preferably maximum particle size being < 180 μ m, ≤ 18.5 mass% of particles of at least < 45 μ m particle size, ≥ 46 mass% of particles of 75 – < 150 μ m particle size, and < 10 mass% of particles of 150 – < 180 μ m particle size or a powder mixture consisting of the atomized iron powder and reduced iron powder. Further, the atomized iron powder has ≥ 2.85 Mg/m³ apparent density.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-180103

(P2002-180103A)

(43) 公開日 平成14年6月26日 (2002.6.26)

(51) Int.Cl.

識別記号

F I

ターム(参考)

B 2 2 F 1/00

B 2 2 F 1/00

S 4 K 0 1 8

1/02

1/02

J

A

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2001-298216(P2001-298216)

(22) 出願日 平成13年9月27日 (2001.9.27)

(31) 優先権主張番号 特願2000-307802(P2000-307802)

(32) 優先日 平成12年10月6日 (2000.10.6)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(72) 発明者 上ノ蘭 聡

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(72) 発明者 尾崎 由紀子

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(74) 代理人 100099531

弁理士 小林 英一

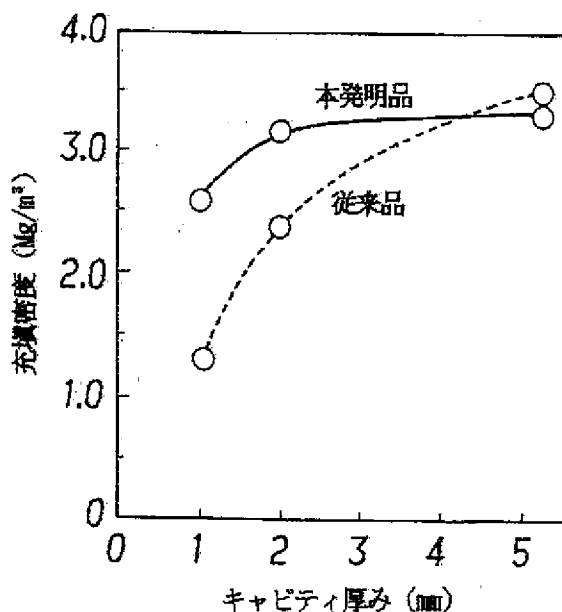
Fターム(参考) 4K018 AA24 BA14 BC12 BC21

(54) 【発明の名称】 粉末冶金用鉄基混合粉

(57) 【要約】

【課題】 圧縮性に優れ、かつ充填性に優れた鉄基混合粉を提供する。

【解決手段】 表面に合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末が結合材により固着された鉄基粉末と、さらに遊離潤滑剤とからなり、見かけ密度: 3.1 Mg/m^3 以上の鉄基混合粉とする。鉄基粉末は、粒径 $180 \mu\text{m}$ 以上の粒子を0.5質量%以下、好ましくは最大の粒径が $180 \mu\text{m}$ 未満で、少なくとも粒径 $45 \mu\text{m}$ 未満の粒子を18.5質量%以下、粒径 $75 \mu\text{m}$ 以上 $150 \mu\text{m}$ 未満の粒子を46質量%以上、粒径 $150 \mu\text{m}$ 以上 $180 \mu\text{m}$ 未満の粒子を10質量%未満含む粒度分布を有するアトマイズ鉄粉、あるいはアトマイズ鉄粉と還元鉄粉との混合粉とし、かつ見かけ密度が 2.85 Mg/m^3 以上のアトマイズ鉄粉を使用する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 鉄基粉末と、合金用粉末と、結合材と、あるいはさらに切削性改善用粉末とを含み、見かけ密度： 3.1Mg/m^3 以上を有する鉄基混合粉であって、前記合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末が前記結合材によって前記鉄基粉末表面に固着され、前記鉄基粉末が見かけ密度： 2.85Mg/m^3 以上を有するアトマイズ鉄粉、あるいは該アトマイズ鉄粉と還元鉄粉との混合粉であり、かつ前記鉄基粉末が、少なくとも粒径 $45\mu\text{m}$ 未満の粒子を18.5質量%以下、粒径 $75\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 未満の粒子を46質量%以上、粒径 $150\mu\text{m}$ 以上 $180\mu\text{m}$ 未満の粒子を10質量%未満、粒径 $180\mu\text{m}$ 以上の粒子を0.5質量%以下、含む粒度分布を有することを特徴とする粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項2】 前記鉄基粉末が、前記粒径 $180\mu\text{m}$ 以上の粒子を0.5質量%以下と含むことに代えて、最大の粒径が $180\mu\text{m}$ 未満の粒子を含むことを特徴とする請求項1に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項3】 前記結合材の含有量が、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～1.0重量部であることを特徴とする請求項1または2に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項4】 前記結合材が、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上であることを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項5】 前記結合材が、オレイン酸、スピンドル油、およびタービン油のうちから選ばれた1種または2種以上とステアリン酸亜鉛とからなることを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項6】 前記鉄基混合粉が、さらに遊離潤滑剤を含有することを特徴とする請求項1ないし5のいずれかに記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項7】 前記遊離潤滑剤の含有量が、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対して、0.1～0.5重量部であることを特徴とする請求項6に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【請求項8】 前記遊離潤滑剤が、熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上を含み、あるいはさらにステアリン酸、ステアリン酸カルシウム、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミド、分子量1万以下のポリエチレンおよびエチレンビスステアリン酸アミドと分子量1万以下のポリエチレンとの熔融混合物のうちから選ばれた1種ま

に記載の粉末冶金用鉄基混合粉。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粉末冶金用鉄基混合粉に係り、とくに薄肉キャビティを有する金型への充填性に優れた粉末冶金用鉄基混合粉に関する。

【0002】

【従来の技術】粉末冶金用鉄基混合粉（以下、単に鉄基混合粉ともいう）は、ベースになる鉄基粉末としての鉄粉に、銅粉、黒鉛粉、燐化鉄粉等の合金用粉末と、さらにステアリン酸亜鉛等の潤滑剤とを混合し、さらに必要に応じて切削性改善用粉末を加えて製造するのが一般的である。しかしながら、このような鉄基混合粉では、合金用粉末などの原料粉末が粒子径、形状、化学組成に関し偏析を生じやすいという問題がある。これは、このような混合物が、大きさ、形状及び密度の異なる複数種の粉末を含んでいるためであり、混合後の輸送、ホッパーへの装入、払出し、又は金型に充填して加圧成形処理等を行う際に、鉄基混合粉の中で原料粉末が均一に分布しなくなる。

【0003】例えば、鉄粉と黒鉛粉との混合粉は、トラック輸送中の振動によって輸送容器内で鉄粉と黒鉛粉がそれぞれ勝手に運動、移動し、特に、比重の小さい黒鉛粉が表面に浮かび上がって混合粉内で偏析が生じ、混合粉中で均一分布しなくなることが良く知られている。また、ホッパーに装入された鉄粉と黒鉛粉との混合物は、ホッパー内の移動で偏析を生じ、ホッパーより排出された混合粉は、排出の初期、中期、終期でそれぞれ黒鉛粉濃度が異なってしまうことも良く知られている。

【0004】このような偏析を起こした鉄基混合粉を、金型に装入し加圧（圧縮）成形して成形体とし、その成形体を焼結して最終製品である焼結体とすると、製品（焼結体）ごとに組成が変動する。その結果、製品の寸法及び強度が大きくばらつき、不良品が生じることになる。また、混合する銅粉、黒鉛粉、燐化鉄粉等の合金用粉末は、いずれも鉄基粉末（鉄粉）より微粉末であるため、合金用粉末の混合により鉄基混合粉の比表面積が増大し、鉄基混合粉の流動性が低下する。このような鉄基混合粉の流動性低下は、鉄基混合粉の成形用金型への充填速度を低下させるので、成形体（圧粉体ともいう）の生産速度を低下させる原因になる。

【0005】このような鉄基混合粉に生じる偏析の防止技術として、特開平1-219101号公報には、潤滑剤0.3～1.3%、合金化元素粉0.1～10%および残部鉄粉よりなり、鉄粉表面に合金化元素粉が固着した粉末冶金用鉄粉が提案されている。なお、特開平1-219101号公報には潤滑剤としてステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム等が例示されている。この粉末冶金用鉄粉によれば、取扱時に成分偏析を生ぜず、均質な焼結品を得ることが

【0006】また、本発明者らは、先に特開平3-162502号公報において、添加物の偏析が少なく、流動性の経時的変化の少ない、粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法を提案した。特開平3-162502号公報に記載された方法は、鉄基粉末に脂肪酸を加えて混合し、ついで合金用粉末に金属石鹸を加えて混合したのち、あるいは混合中に昇温して、ついで混合しながら冷却して、脂肪酸と金属石鹸との共溶融物の結合力で鉄系粉末表面に合金用粉末を固着させるというものである。

【0007】また、特許第3004800号公報には、合金用粉末の鉄系粉末表面への結合材として、金属元素を含まない結合剤を用いた混合物が提案されている。金属元素を含まない結合材とすることにより、焼結炉の汚染を軽減できるという利点があるとしている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような従来技術により偏析防止処理を施された鉄基混合粉は、金型への充填性に問題があり、特に金型の幅の狭い部位への充填量が小さくなる傾向を有していた。そこで、本発明者らは、上記した従来技術により偏析防止処理を施された鉄基混合粉の充填性について、実験で確かめた。まず、その結果について説明する。

【0009】鉄基粉末としてのアトマイズ鉄粉に、合金用粉末として2質量%の銅粉、0.8質量%の黒鉛粉と、鉄粉と合金用粉末の合計量100重量部に対し、結合材として0.4重量部のステアリン酸亜鉛と0.2重量部のマシン油とを混合、加熱して鉄粉表面に合金用粉末を固着させ、ついで遊離潤滑剤として0.3重量部のステアリン酸亜鉛を、混合して、鉄粉表面に合金用粉末を固着させた鉄粉と遊離潤滑剤との混合物である鉄基混合粉（従来品）とした。これら鉄基混合粉150gを100×20×60mmの大きさの粉箱に装入した（図1参照）。

【0010】この粉箱を、図1に示すような配置で、200mm/sの速度で金型方向に移動させ、金型の真上で1s間停止・保持したのち後退させた。これにより、金型に鉄基混合粉が充填された。使用した金型は、キャビティの厚み：tmm、長さ：60mm、深さ：60mmの金型とした。なお、厚みtmmは1、2、5mmに変化した。充填後、48MPaの圧力で成形し、得られた成形体の重量を測定し、充填密度（成形体重量／金型体積）を算出して、鉄基混合粉の金型への充填性を評価した。

【0011】これら鉄基混合粉（従来品）についての結果を、図2に示す。図2から、従来品では、金型のキャビティ厚みtが小さくなるとともに、充填密度が減少することがわかる。例えば、金型のキャビティ厚みtが、1mmとなると、鉄基混合粉（従来品）は見かけ密度の半分も充填されていないことがわかる。このように、金型のキャビティ厚みが薄い場合には、アトマイズ鉄粉を用い従来の技術で偏析処理した鉄基混合粉（従来品）は、

【0012】このように充填性の低い従来品は、例えば、ギヤ形状の金型へ充填され、成形体とされたとき、歯先の幅の狭い部位では、他の部位に比べ、充填密度が小さくなる。このような成形体を焼結した場合には、部位により収縮量が異なり、部品の寸法精度が低下する。一般に、充填密度が異なり成形密度が異なると、焼結時の寸法変化率が異なり、さらに焼結密度が異なるのである。したがって、充填密度が低いギヤ歯先の部位は、焼結密度が低くなりやすく、ひいては強度も低くなる。通常、ギヤにおいては歯先の部位に最大の応力が生じるため、歯先の部位は強度が高いことが要求され、充填密度が高いことが望ましいのである。

【0013】このような問題に対し、例えば、特開平9-267195号公報には、粉箱内に表面にガス放出用孔を設けたパイプを設け、該ガス放出用孔から流出するガスにより粉末を浮動化させてのち、重力によりキャビティ内に粉末を充填する粉末充填方法が開示されている。しかしながら、特開平9-267195号公報に記載された技術では、特殊な装置を必要とするため、設備費が増大し、製造コストが増加するという問題があった。

【0014】さらに近年、自動車車体の軽量化の要求に伴い、自動車用焼結部品も小型化が指向されている。しかし、部品の小型化とともに、部品にかかる応力は高まる傾向にある。このため、同一成分の部品であれば、より強度の高い部品、すなわちより密度の高い部品が望まれている。（同一成分の焼結体であれば、一般に密度が高いほど強度が高いのである。）小型化した、密度の高い焼結部品を得るためには、偏析防止処理を施され、圧縮性に優れ、かつ金型の幅の狭い部分への充填性に優れた鉄基混合粉が必要となる。

【0015】本発明は、このような従来技術の問題を有利に解決し、比較的密度の高い焼結部品を安定してかつ特性のばらつき少なく製造できる、圧縮性に優れ（成形体の密度が高く）、かつ充填性に優れた鉄基混合粉を提供することを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記した課題を解決するために、鉄基混合粉の圧縮性、充填性におよぼす各種要因について鋭意研究した。密度の高い焼結部品を得るためには、鉄基混合粉の鉄基粉末として圧縮性に優れたアトマイズ鉄粉が通常用いられている。しかしながら、本発明者らの検討によれば、鉄基粉末としてアトマイズ鉄粉を使用した鉄基混合粉は、還元鉄粉を使用した鉄基混合粉にくらべ、狭いキャビティを有する金型への充填性に劣ることが判明した。

【0017】そこで、本発明者らは、還元鉄粉を用いた混合粉が高い充填性を示す原因について、さらに検討した。そして、還元鉄粉とアトマイズ鉄粉とでは粒径の分布が異なる点に着目し更なる研究を進めた結果、鉄基粉

とを見いだした。そして、本発明者らは、従来知られているアトマイズ鉄粉より狭い所定の粒度分布を有する鉄基粉末を用いて鉄基混合粉とすることにより、アトマイズ鉄粉を単独で用いても、あるいはアトマイズ鉄粉を主体として還元鉄粉を混合した鉄基粉末を用いても、充填性を顕著に改善することができることを見いだした。一方、本発明者らは、圧縮性と充填性を両立させるためには、アトマイズ鉄粉および鉄基混合粉の見かけ密度を所定値以上に確保すればよいことを見いだした。本発明者らは、さらに適正な結合材、潤滑材を用いることも、充填性改善に寄与することを見いだした。これらの知見に基づいて、本発明者らは、図2に示すように、圧縮性に優れ、かつ顕著に充填性が向上した鉄基混合粉を得ることに成功した。

【0018】図2から、本発明の鉄基混合粉（本発明品）は、1mmのキャビティ厚みでも十分に充填でき、従来品にくらべ充填性が顕著に向上することがわかる。また、本発明者らは、結合材、潤滑剤を適正なものとするにより、さらに充填性が改善されることを見いだした。本発明は、上記した知見に基づいて、さらに検討を加え完成されたものである。

【0019】すなわち、本発明は、鉄基粉末と、合金用粉末と、結合材と、あるいはさらに切削性改善用粉末とを含み、見かけ密度： 3.1Mg/m^3 以上を有する鉄基混合粉であって、前記合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末が前記結合材によって前記鉄基粉末表面に固着され、前記鉄基粉末が見かけ密度： 2.85Mg/m^3 以上を有するアトマイズ鉄粉、あるいは該アトマイズ鉄粉と還元鉄粉との混合粉であり、かつ前記鉄基粉末が、少なくとも粒径 $45\mu\text{m}$ 未満の粒子を18.5質量%以下、粒径 $75\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 未満の粒子を46質量%以上、粒径 $150\mu\text{m}$ 以上 $180\mu\text{m}$ 未満の粒子を10質量%未満、粒径 $180\mu\text{m}$ 以上の粒子を0.5質量%以下含む粒度分布を有することを特徴とする粉末冶金用鉄基混合粉であり、また、本発明では、前記鉄基粉末が、粒径 $180\mu\text{m}$ 以上の粒子を0.5質量%以下含有することに代えて、前記鉄基粉末が、最大の粒径が $180\mu\text{m}$ 未満の粒子を含むこととすることが好ましく、また、本発明では、前記結合材の含有量が、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～1.0重量部であることが好ましく、また、本発明では、前記結合材を、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上とするのが好ましい。

【0020】また、本発明では、前記結合材を、オレイン酸、スピンドル油、およびタービン油のうちから選ばれた1種または2種以上とステアリン酸亜鉛とからなる結合材としてもよい。また、本発明では、前記鉄基混合

記遊離潤滑剤の含有量が、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対して、0.1～0.5重量部であることが好ましく、また、本発明では、前記遊離潤滑剤が、熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上を含み、あるいはさらにステアリン酸、ステアリン酸カルシウム、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミド、分子量1万以下のポリエチレンおよびエチレンビスステアリン酸アミドと分子量1万以下のポリエチレンとの熔融混合物のうちから選ばれた1種または2種以上を含むことが好ましい。

【0021】また、本発明では、前記熱可塑性樹脂粉を、単量体であるアクリル酸エステル、メタクリル酸エステルおよび芳香族ビニル化合物の中から選ばれた少なくとも1種を50質量%以上含有し、かつ1次平均粒径が $0.03\sim 5\mu\text{m}$ 、凝集平均粒径が $5\sim 50\mu\text{m}$ 、溶液比粘度法で測定した平均分子量が3万～500万の熱可塑性樹脂粉とするのがよい。

【0022】

【発明の実施の形態】本発明の粉末冶金用鉄基混合粉は、鉄基粉末と、合金用粉末と、結合材と、潤滑剤と、あるいはさらに切削性改善用粉末とを含む、見かけ密度が 3.1Mg/m^3 以上を有する鉄基混合粉であり、偏析処理として、鉄基粉末の表面には合金用粉末、あるいはさらに切削性改善用粉末が結合材により固着されている。鉄基混合粉の見かけ密度が 3.1Mg/m^3 以上となることにより、充填性と圧縮性の両立を図ることができる。

【0023】本発明の鉄基混合粉に使用する鉄基粉末は、少なくとも粒径 $45\mu\text{m}$ 未満の粒子を18.5質量%以下、粒径 $75\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 未満の粒子を46質量%以上、粒径 $150\mu\text{m}$ 以上 $180\mu\text{m}$ 未満の粒子を10質量%未満、粒径 $180\mu\text{m}$ 以上の粒子が0.5質量%以下含む粒度分布を有する鉄粉とする。なお、鉄基粉末は、最大の粒径が $180\mu\text{m}$ 未満の粒子とすることが好ましい。

【0024】粒径 $45\mu\text{m}$ 未満の粒子の含有量が18.5質量%を超える場合、粒径 $75\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 未満の粒子の含有量が46質量%未満の場合、および粒径 $150\mu\text{m}$ 以上 $180\mu\text{m}$ 未満の粒子の含有量が10質量%以上の場合は、粒径が $180\mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量が0.5質量%を超える場合、充填性が劣化する。なお、本発明では、粒径 $45\mu\text{m}$ 以上 $75\mu\text{m}$ 未満の粒子は、充填性、圧縮性に大きな影響をおよぼさないため、粒径 $45\mu\text{m}$ 以上 $75\mu\text{m}$ 未満の粒子の含有量はとくに限定されない。なお、鉄基粉末が、粒径 $180\mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量が0.5質量%以下であれば、充填性への影響は無視できる。充填性の観点からより好ましくは、粒径 $180\mu\text{m}$ 以上の粒子の含有量は0.1質量%以下であるが、更なる充填性向上の観点か

い。

【0025】また、更なる充填性向上の観点から、粒径75 μm 以上150 μm 未満の粒子を48質量%以上とすることが好ましく、さらに好ましくは50質量%以上である。また、更なる充填性向上の観点からは、粒径45 μm 未満の粒子を15質量%未満とすることも好ましく、さらに好ましくは12.7質量%未満である。なお、本発明で使用する鉄基粉末の粒度分布は、ふるい分布法(JPMA P02-1992(日本粉末冶金工業会規格))により測定した値を使用するものとする。

【0026】本発明では、鉄基混合粉に使用する鉄基粉末は、圧縮性と、充填性の観点から、上記した粒度分布に調整したアトマイズ鉄粉、あるいは上記した粒度分布に調整した、アトマイズ鉄粉と還元鉄粉との混合粉を使用する。鉄基粉末として、上記した粒度分布を有する鉄基粉末(アトマイズ鉄粉、あるいはアトマイズ鉄粉と還元鉄粉との混合粉)を使用することにより、鉄基混合粉の充填性が顕著に向上する。

【0027】上記した粒度分布を有する鉄基粉末を得るには、使用する鉄基粉末(例えば市販のアトマイズ鉄粉)を篩で分級したのち、上記した粒度分布となるように配合することが好ましい。鉄基粉末として、アトマイズ鉄粉と還元鉄粉との混合粉を使用する場合には、それぞれを篩で分級したのち、上記した粒度分布となるように配合してもよい。

【0028】なお、還元鉄粉を配合する場合には、圧縮性が低下しないように、適用する部品の所望密度に応じ、還元鉄粉の配合量を調整する必要がある。還元鉄粉の配合量は、圧縮性の低下を考慮して、鉄基粉末全量に対し40質量%以下とするのが好ましい。40質量%以下であれば圧縮性の低下は顕著とならない。また、配合する還元鉄粉のうち、鉄基粉末全量に対し30質量%以下を、表面に合金用粉末、切削性改善用粉が固着されていない鉄粉(以下、遊離鉄基粉末という)とすることは何らさしつかえない。これにより、鉄基混合粉の充填性がさらに向上する。

【0029】また、本発明の鉄基混合粉では、アトマイズ鉄粉と還元鉄粉の混合粉を使用する場合には、アトマイズ鉄粉と還元鉄粉は、単に混合しているだけでよい。また、本発明で鉄基粉末として使用するアトマイズ鉄粉は、見かけ密度が2.85 Mg/m^3 以上、好ましくは2.90 Mg/m^3 以上の鉄粉とする。見かけ密度が2.85 Mg/m^3 未満では鉄基混合粉の充填性が大きく低下する。

【0030】なお、本発明において、鉄基粉末として主に使用するアトマイズ鉄粉は、溶湯からアトマイズ法により製造された純鉄粉とすることが好ましい。また、鉄基粉末として、アトマイズ鉄粉に加えて使用される還元鉄粉は、鋼材の製造時に生成するミルスケールや鉄鉱石を還元して得られた還元鉄粉を用いるのが好ましい。還

あればよい。なお、より好ましくは2.5~2.8 Mg/m^3 である。

【0031】また、鉄基混合粉には合金用粉末が混合されるが、合金用粉末は、黒鉛粉、銅粉、Ni粉等の各種合金粉等を用いるのが好ましい。なお、合金用粉末の含有量は、鉄基粉末、合金用粉末および必要に応じ混合される切削性改善用粉末を含めた合計量に対し、5.0質量%以下とするのが好ましい。また、鉄基混合粉には、必要に応じ、焼結体の切削性を改善する切削性改善用粉末が混合されるが、切削性改善用粉末は、製品焼結体に要求される特性を考慮して、タルク粉、金属硫化物粉等が選定される。なお、切削性改善用粉末の含有量は、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量に対し、5.0質量%以下とするのが好ましい。

【0032】また、鉄基混合粉には、合金用粉末、あるいはさらに切削性改善用粉末を鉄基粉末表面に固着し、偏析を防止するため、結合材が混合される。本発明では、結合材の含有量は、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1~1.0重量部とすることが好ましい。結合材の含有量が、0.1重量部未満では合金用粉末の偏析防止効果がなく、一方、1.0重量部を超えると、鉄基混合粉の充填性が低下する。

【0033】結合材として、本発明では、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物およびエチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上(結合材A)とするのが好ましい。また、結合材Aは、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上を加熱熔融してなるものとしてもよい。

【0034】また、本発明では、結合材は、オレイン酸、スピンドル油およびタービン油のうちから選ばれた1種または2種以上とステアリン酸亜鉛とからなる結合材(結合材B)としてもよい。結合材Bは、オレイン酸、スピンドル油およびタービン油のうちから選ばれた1種または2種以上とステアリン酸亜鉛を加熱熔融してなるものとしてもよい。

【0035】また、鉄基混合粉には、鉄基混合粉の流動性を高め、金型への充填性を改善するとともに鉄基混合粉を金型中で加圧成形する際に摩擦熱で熔融ないし軟化して成形体の抜き出し力を低下させるために潤滑剤が混合されることが好ましい。潤滑剤がこのような作用を発揮するには、潤滑剤は遊離潤滑剤として存在することが好ましい。本発明でいう、遊離潤滑剤とは、鉄基混合粉中で、鉄基粉末(鉄粉)、合金用粉末と結合せず、遊離して存在する潤滑剤を意味する。遊離潤滑剤の含有量

計量100重量部に対し、0.1～0.5重量部とすることが好ましい。遊離潤滑剤の含有量が0.1重量部未満では鉄基混合粉の充填性が低下し、一方、0.5重量部を超えて含有すると充填性が低下するとともに成形体密度が低下する。

【0036】本発明では、遊離潤滑剤を、熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上とするか、あるいは熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上に、さらにステアリン酸、ステアリン酸カルシウム、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミド、分子量1万以下のポリエチレン、エチレンビスステアリン酸アミドと分子量1万以下のポリエチレンとの熔融混合物のうちから選ばれた1種または2種以上を添加したものとするのが好ましい。

【0037】遊離潤滑剤として、熱可塑性樹脂、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上を含有することにより、鉄基混合粉の充填性が顕著に向上する。なお、熱可塑性樹脂、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上の含有量は、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し0.1～0.5重量部とするのが、鉄基混合粉の流動性、金型への充填性向上の観点から好ましい。

【0038】また、熱可塑性樹脂粉は、単量体であるアクリル酸エステル、メタクリル酸エステルおよび芳香族ビニル化合物のうちから選ばれた少なくとも1種を熱可塑性樹脂粉全量に対し50質量%以上含有し重合したものとするのが好ましい。単量体である、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル及び芳香族ビニル化合物の中から選ばれた少なくとも1種の含有量が、熱可塑性樹脂粉全量に対し、50質量%未満の場合には、鉄基混合粉の流動性改善が充分とならない恐れがある。なお、単量体は、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステルおよび芳香族ビニル化合物のうちの1種を単独としても、あるいは2種以上を組合わせても、いずれでもよい。

【0039】アクリル酸エステルとしては、例えば、メチルアクリレート、エチルアクリレート、*n*-プロピルアクリレート、イソプロピルアクリレート、*n*-ブチルアクリレート、イソブチルアクリレート、*sec*-ブチルアクリレート、*tert*-ブチルアクリレート、*n*-ヘキシルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、*n*-オクチルアクリレート等が例示される。

【0040】また、メタクリル酸エステルとしては、例えば、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、*n*-プロピルメタクリレート、イソプロピルメタクリレ

レート、*n*-ヘキシルメタクリレート、シクロヘキシルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、*n*-オクチルメタクリレート等が例示される。これらの単量体の中で、特にメチルメタクリレートを好適に使用することができる。

【0041】また、芳香族ビニル化合物としては、例えば、スチレン、 α -メチルスチレン、ジビニルベンゼン及びこれらの単量体のベンゼン核に、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等が置換された単量体、例えばビニルトルエンやイソブチルスチレン等を挙げることができる。また、上記したアクリル酸エステル、メタクリル酸エステルおよび芳香族ビニル化合物のうちの少なくとも1種の単量体に、共重合可能な他の単量体を、単量体全量に対し好ましくは0～45質量%添加して、熱可塑性樹脂としたものを遊離潤滑剤として使用してもよい。

【0042】上記した3種の単量体と共重合可能な他の単量体としては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、2-エチルアクリル酸、クロトン酸、ケイ皮酸などの不飽和モノカルボン酸、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸、シトラコン酸、クロロマレイン酸等の不飽和ジカルボン酸やその無水物、マレイン酸モノメチル、マレイン酸モノブチル、フマル酸モノメチル、フマル酸モノエチル、イタコン酸モノメチル、イタコン酸モノエチル、イタコン酸モノブチル等の不飽和ジカルボン酸のモノエステルやその誘導体、グリシジルメタクリレート、グリシジルアクリレート、グリシジルー *p*-ビニルベンゾエート、メチルグリシジルイタコネート、エチルグリシジルマレエート、グリシジルビニルスルホネート、グリシジルーエーテル類、ブタジエンモノオキシド、ビニルシクロヘキセンモノオキシド、5, 6-エポキシヘキセン、2-メチルー5, 6-エポキシヘキセン等のエポキシドオレフィン類、アクリロニトリルやメタクリロニトリルなどのシアン化ビニル類、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、ミリスチン酸ビニル、オレイン酸ビニル、安息香酸ビニル等のビニルエステル類、ブタジエン、イソプレン、1, 3-ペンタジエン、シクロペンタジエン等の共役ジエン系化合物

1, 4-ヘキサジエン、ジシクロペンタジエン、エチリデンノルボルネン等の非共役ジエン系化合物、を挙げることができる。

【0043】また、共重合可能な単量体として、反応性の実質上等しい2個以上の二重結合を有する架橋性単量体を、単量体合計量に対し0.1～2質量%添加してもよい。架橋性単量体は、エチレングリコールジアクリレート、エチレングリコールジメタクリレート、ブチレングリコールジアクリレート、ブチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパンジアクリレート、トリメチロールプロパンジメタクリレート、トリメチロー

トリメタクリレート、ヘキサンジオールジアクリレート、ヘキサンジオールジメタクリレート、オリゴキシエチレンジアクリレート、オリゴキシエチレンジメタクリレート、さらにはジビニルベンゼン等の芳香族ジビニル単量体、トリメリット酸トリアリル、トリアリルイソシアヌレート等が例示できる。

【0044】そして、これら熱可塑性樹脂粉は、1次平均粒径（重量基準）が $0.03 \sim 5.0 \mu\text{m}$ 、凝集平均粒径が $5 \sim 50 \mu\text{m}$ 、溶液比粘度法で測定した平均分子量が3万～500万の熱可塑性樹脂粉とするのがよい。本発明でいう、一次平均粒径とは図3に示すように、熱可塑性樹脂粉の個々の粒子（一次粒子1）の粒径3の平均値を意味する。また、凝集平均粒径とは、一次粒子1が凝集して形成する凝集粒子2の粒径4の平均値を意味する。一次平均粒径は、走査型電子顕微鏡で凝集粒子を観察し、撮像した写真から、凝集粒子を形成している一次粒子50個程度の径（一次粒径）を実測し、平均したものである。また、凝集平均粒径は、同様に走査型電子顕微鏡で凝集粒子を観察し撮像した写真から凝集粒子50個程度について粒径を測定し、平均したものである。

【0045】また、本発明では、平均分子量は、溶液比粘度法で測定するものとする。溶液比粘度法とは、試料樹脂0.2gをテトラヒドロフラン50mlに溶解した溶液の35℃における粘度Aを、同じ温度の溶媒（テトラヒドロフラン）の粘度Bに対する比、 A/B （比粘度）として求め、平均分子量既知の各種標準ポリスチレンで予め定めていた比粘度-平均分子量の関係から、試料樹脂の平均分子量を求める方法である。

【0046】熱可塑性樹脂粉の一次平均粒径は $0.03 \sim 5.0 \mu\text{m}$ とするのが好ましい。一次平均粒径が $0.03 \mu\text{m}$ 未満では、鉄基混合粉の製造コストが高くなり、工業製品として高価となる。一方、 $5.0 \mu\text{m}$ を超えると、成形体の密度（以下、単に圧縮性ともいう）が低下する。なお、一次平均粒径は、 $0.05 \sim 3.0 \mu\text{m}$ とするのがより好ましい。

【0047】また、熱可塑性樹脂粉の凝集平均粒径は、 $5 \sim 50 \mu\text{m}$ の範囲とするのが好ましい。凝集平均粒径が $5 \mu\text{m}$ 未満では、鉄基混合粉の流動性やホップ排出性が低下する。一方、 $50 \mu\text{m}$ を超えると、焼結体の引張強さが従来品より低下する。なお、凝集平均粒径は、 $10 \sim 40 \mu\text{m}$ とするのがより好ましい。さらに、熱可塑性樹脂粉としては、一次平均粒径の異なる2種以上の熱可塑性樹脂粉を混合することができるが、その場合、混合した熱可塑性樹脂粉の一次平均粒径としては、混合した粉末の平均値が $0.03 \sim 5.0 \mu\text{m}$ になるように、混合比率を調整するのが好ましい。

【0048】また、熱可塑性樹脂粉の溶液比粘度法で測定した平均分子量は3万～500万の範囲とするのが好ましい。平均分子量が3万未満では、樹脂の製造コストが

子量が500万を超えては、鉄基混合物の流動性とホップ排出性が従来品より低下する。上記した熱可塑性樹脂粉の製造方法については、本発明では特に限定されないが、従来よりポリメチルメタクリレート等の微細樹脂粉末の製造に用いられている方法がいずれも好適である。これらの方法の中でも、特に、粒径が極微細とならず、且つ球形粒子が得られる重合法、例えば、微細懸濁重合法、乳化重合法、播種乳化重合法などが好適である。

【0049】微細懸濁重合法としては、ラジカル重合開始剤として油溶性開始剤を用い、重合開始前に単量体油滴の粒径を均質化処理して予め調節し、均質分散重合させる方法が好適である。油溶性のラジカル重合開始剤としては、例えば、ベンゾイルパーオキシド、ジ-3,5,5-トリメチルヘキサノイルパーオキシド、ジラウロイルパーオキシド等のジアシルパーオキシド類、ジイソプロピルパーオキシジカーボネート、ジ-s.e.c-ブチルパーオキシジカーボネート、ジ-2-エチルヘキシルパーオキシジカーボネート等のパーオキシジカーボネート類、t-ブチルパーオキシピバレート、t-ブチルパーオキシネオデカノエート等のパーオキシエステル類、アセチルシクロヘキシルスルホンパーオキシド、ジサクシニックアジドパーオキシド等の有機過酸化物、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス-2-メチルブチロニトリル、2,2'-アゾビスジメチルバレロニトリル等のアゾ化合物などを使用することができる。

【0050】また、これらのラジカル重合開始剤は、1種を単独でも、あるいは2種以上を組み合わせることもできる。その使用量は、単量体の種類と量及び仕込方式などによって適宜選択することができるが、通常、使用単量体100重量部当たり、0.001～5.0重量部の範囲で使用することが好ましい。なお、微細懸濁重合法の実施に際しては、通常、界面活性剤や分散剤が用いられる。

【0051】界面活性剤としては、例えば、ラウリル硫酸エステルナトリウム、ミリスチル硫酸エステルナトリウム等のアルキル硫酸エステル塩類、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸カリウム等のアルキルアリールスルホン酸塩類、ジオクチルスルホコハク酸ナトリウム、ジヘキシルスルホコハク酸ナトリウム等のスルホコハク酸エステル塩類、ラウリン酸アンモニウム、ステアリン酸カリウム等の脂肪酸塩類、ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩類、ポリオキシエチレンアルキルアリールスルホン酸エステル塩類、ドデシルジフェニルエーテルジスルホン酸ナトリウム等のアニオン性界面活性剤類、ソルビタンモノオレエート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート等のソルビタンエステル類、ポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエー

ムクロライド、セチルトリメチルアンモニウムブロマイド等のカチオン性界面活性剤、などを挙げることができる。

【0052】また、分散剤としては、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、ポリビニルピロリドン等を挙げることができる。これらの界面活性剤や分散剤は、1種を単独でも、あるいは2種以上を組み合わせ用いても良い。その使用量は、通常、使用単量体100重量部当り、0.05～5重量部、好ましくは0.2～4重量部の範囲で適宜選択することができる。

【0053】また、微細懸濁重合法では、まず水性媒体中に、油性開始剤、単量体、界面活性剤及び必要に応じて用いられる高級脂肪酸類や高級アルコール類などの重合助剤、その他の添加剤を加えて予め混合し、ホモジナイザーにより均質化処理して、油滴の粒径調節を行なう。ホモジナイザーには、例えば、コロイドミル、振動攪拌機、二段式高圧ポンプ、ノズルやオリフィス等からの高圧噴出、超音波攪拌等が利用できる。加えて、油滴粒径の調節は、均質化処理時の剪断力の制御、重合中の攪拌条件、反応装置の形式、界面活性剤や添加剤の量等に影響されるが、これらは、簡単な予備実験により適当な条件を選択することができる。そして、全単量体の均質化処理液を重合缶に送り、ゆっくりと攪拌しながら昇温し、通常30～80℃の範囲の温度において重合を行なう。

【0054】このようにして、一次平均粒径が0.03～5.0 μmの熱可塑性樹脂粉粒子が均質に分散した乳化液または懸濁液を得ることができる。この乳化液又は懸濁液を噴霧乾燥したり、あるいは、熱可塑性樹脂粒子を凝集した後に、ろ過して液漿を分離し、乾燥、粉碎すること

で熱可塑性樹脂粉末を得ることができる。その熱可塑性樹脂の重量平均分子量は、反応温度や重合度調節剤で所望の値に調節すれば良い。

【0055】次に、本発明の鉄基混合粉の好ましい製造方法の一例について説明する。まず、鉄基粉末として、上記した所定の粒度分布を有するアトマイズ鉄粉、あるいはアトマイズ鉄粉と還元鉄粉の混合粉と、合金用粉末と、あるいはさらに切削性改善用粉末と、結合材とを混合し、混合粉とする。なお、結合材は、鉄基粉末、合金粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対して、0.1重量部～1.0重量部混合するのが好ましい。結合材としては、ステアリン酸、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミドのうちから選ばれた1種または2種以上とするのが好ましい。

【0056】この混合物を加熱しながら混合（ここまですべてを一次混合とする）する。なお、一時混合の加熱温度は、結合材が1種の場合は、その結合材の融点より10～

結合材の融点のうちの最低値より10℃以上、それら結合材の融点のうち最高値以下とするのが好ましい。この加熱により、少なくとも1種の結合材が熔融させる。上記した下限温度未満では、結合材の結合機能が発揮されず、一方、上記した上限温度を超えると、熱分解等により結合機能が低下するとともに、ホップ排出性能が低下する。

【0057】ついで、この一次混合物を冷却して、鉄基粉末の表面に合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末を固着させる。鉄基粉末の表面に合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末を固着した一次混合粉に、さらに潤滑剤を添加し、混合（これを二次混合とする）して、鉄基混合粉とする。二次混合の温度は、添加する潤滑剤の融点のうちの最低値未満とするのが好ましい。なお、より好ましくは室温である。また、添加する潤滑剤の量は、鉄基粉末、合金用粉末および切削性改善用粉末の合計量100重量部に対し、0.1～0.5重量部とするのが好ましい。二次混合で添加した潤滑剤は、遊離潤滑剤となり、鉄基粉末等とは結合せず遊離状態で混合粉中に存在する。

【0058】遊離潤滑剤となる、二次混合時に添加される潤滑剤としては、上記した熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上を必ず含み、必要に応じて、ステアリン酸、ステアリン酸カルシウム、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの熔融混合物、エチレンビスステアリン酸アミド、分子量1万以下のポリエチレン、エチレンビスステアリン酸アミドと分子量1万以下のポリエチレンとの熔融混合物の1種または2種以上を含む潤滑剤とするのが好ましい。なお、熱可塑性樹脂粉は、単量体であるアクリル酸エステル、メタクリル酸エステル及び芳香族ビニル化合物の中から選ばれた少なくとも1種を、熱可塑性樹脂粉全量に対し50質量%以上含有して重合されたものとするのが好ましい。

【0059】また、本発明では、鉄基粉末の一部として還元鉄粉を混合できるが、還元鉄粉を混合する場合には、還元鉄粉の一部、好ましくは鉄基粉末全量に対し30質量%以下を二次混合に際して添加してもよい。これにより、還元鉄粉は、表面に合金用粉末あるいは切削性改善用粉末の固着のない、遊離鉄基粉末とすることができる。還元鉄粉を遊離鉄基粉末とすることにより、鉄基混合粉の充填性がさらに顕著に改善される。

【0060】また、本発明の鉄基混合粉は次のような（1）～（4）の工程により製造してもよい。

（1）所定の粒度分布に調整された鉄基粉末に、合金用粉末あるいはさらに切削性改善用粉末を加え、さらに液状の結合材をスプレー噴霧したのち、混合する。液状の結合材としては、オレイン酸、スピンドル油、とタービ

(2) これら混合物に、さらにステアリン酸亜鉛を添加し、混合して一次混合物とする。なお、ステアリン酸亜鉛の添加量は、オレイン酸、スピンドル油、とタービン油の1種または2種以上との合計量で、鉄基粉末、合金粉末および切削性改善粉末の合計量100重量部に対し、0.1～1.0重量部の範囲とするのが好ましい。

(3) 一次混合物を、110～150℃で加熱しながら二次混合する。この加熱により少なくともステアリン酸亜鉛とオレイン酸、スピンドル油、タービン油のうちの1種以上との加熱溶融物が生成する。加熱温度が110℃未満では、合金粉末の偏析が大きくなり、一方、150℃を超えると鉄基粉末が酸化する可能性がある。ついで、この二次混合物を冷却することにより、鉄基粉末の表面に合金粉末あるいはさらに切削性改善粉末が強固に付着する。

(4) 鉄基粉末表面に合金粉末あるいはさらに切削性改善粉末を固着した二次混合物に、さらに潤滑剤を添加し、三次混合して、鉄基混合粉とする。

【0061】三次混合の温度は、添加する潤滑剤の融点のうち最低値未満とするのが好ましい。なお、より好ましくは室温である。また、添加する潤滑剤の量は、鉄基粉末、合金粉末および切削性改善粉末の合計量100重量部に対し、0.1～0.5重量部とするのが好ましい。三次混合で添加した潤滑剤は、遊離潤滑剤となり、鉄基粉末等とは結合せず遊離状態で混合粉中に存在する。

【0062】なお、三次混合で添加する潤滑剤は、上記した熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムのうちから選ばれた1種または2種以上を必ず含み、必要に応じて、ステアリン酸、ステアリン酸カルシウム、オレイン酸アミド、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アミドとエチレンビスステアリン酸アミドとの溶融混合物、エチレンビスステアリン酸アミド、分子量1万以下のポリエチレン、エチレンビスステアリン酸アミドと分子量1万以下のポリエチレンとの溶融混合物の1種または2種以上を含む潤滑剤とするのが好ましい。なお、熱可塑性樹脂粉は、単量体であるアクリル酸エステル、メタクリル酸エステル及び芳香族ビニル化合物の中から選ばれた少なくとも1種を、熱可塑性樹脂粉全量に対し50質量%以上含有して重合されたものとするのが好ましい。

【0063】また、本発明では、鉄基粉末の一部として還元鉄粉を混合できるが、還元鉄粉を混合する場合には、還元鉄粉の一部、好ましくは鉄基粉末全量に対し30質量%以下を三次混合に際して添加してもよい。これにより、還元鉄粉は、表面に合金粉末あるいは切削性改善粉末の固着のない、遊離鉄基粉末とすることができ、還元鉄粉を遊離鉄基粉末とすることにより、鉄基混合粉の充填性がさらに顕著に改善される。

【0064】本発明の鉄基混合粉の製造法は、上記した

でもない。上記した製造方法以外の方法の一例として、例えば、結合材成分を有機溶剤に溶解あるいは分散させた後、鉄基粉末と合金用粉末あるいは切削性改善粉末とを混合した後、有機溶媒を蒸発させ、鉄基粉末表面に合金粉末、切削性改善粉末を固着させ、しかるのちに潤滑剤を添加混合して遊離潤滑剤の存在する鉄基混合粉としてもよい。

【0065】本発明の鉄基混合粉は、一般の粉末冶金における製造プロセスのいずれもが適用可能である。すなわち、成形後焼結のまま、あるいは成形後焼結したのちに必要に応じてサイジングを行って、さらに浸炭焼き入れ、光輝焼き入れ、高周波焼き入れ等の熱処理を施すことが可能である。

【0066】

【実施例】(実施例1) まず、鉄基粉末970gと、合金用粉末と、表1に示す量の結合材とを、加熱混合機に装入して十分に混合して、混合物とした。鉄基粉末としては、表4に示す粒度分布を有するアトマイズ鉄粉(川崎製鉄製: KIP301A、KIP260A)あるいはさらに還元鉄粉(川崎製鉄製: KIP255M)を使用した。アトマイズ鉄粉は、篩により分級したのち、表5に示す粒度分布となるように再度Vブレンダーで混合して用いた。なお、一部の鉄基粉末では、アトマイズ鉄粉に還元鉄粉を表5に示す量、混合した。また、一部の鉄基粉末では、篩による分級を行わなわなないアトマイズ鉄粉を使用した。また、使用した鉄粉の見かけ密度を、JPM A P06-1992(日本粉末冶金工業規格)に準拠して測定して表4に併記した。

【0067】合金用粉末としては、平均粒径23 μ mの黒鉛粉末10gと、平均粒径25 μ mの電解銅粉20gを添加した。(鉄基粉末、合金用粉末、切削性改善粉末の合計量に対し黒鉛粉末の添加量は1.0質量%、電解銅粉は2.0質量%となる。)

また、結合材としては、表1に示す種類と量の結合材を予備混合して用いた。なお、表1に示す含有量は、鉄基粉末および合金用粉末あるいはさらに切削性改善粉末の合計量100重量部に対する重量部で表示した。

【0068】そして、これら混合物を、表1に示す温度に混合(ここまではここでは一次混合とする)を続けながら加熱し、一次混合物とした。引き続き、一次混合物を、混合しながら、85℃以下に冷却した。さらに、40℃まで冷却した後、表1に示す種類と量の遊離潤滑剤を添加し、均一になるよう混合(ここまではここでは二次混合とする)したのち、加熱混合機から排出し、鉄基混合粉とした。なお、二次混合時に添加した熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム以外の潤滑剤の記号と種類の関係を表2に示す。また、二次混合時に使用した熱可塑性樹脂粉の記号と種類の関係と、それらの組成、重合方法、一次粒径、凝集粒径および分子

【0069】なお、一部の鉄基混合粉（鉄基混合粉 No. 1-8）では、二次混合時に潤滑剤とともに還元鉄粉（15質量％）を添加した。得られた鉄基混合粉について、充填性、圧縮性、偏析性、見かけ密度を評価した。

（1）充填性試験

図1にその配置を模式的に示す装置を用いて、鉄基混合粉の充填性試験を実施した。鉄基混合粉（供試混合粉）150gを充填した粉箱（100×20×60mm）を、200 mm/sの速度で金型方向に移動させ、 $t=1$ mmのキャビティを有する金型の真上で停止させ、1 s間保持し鉄基混合粉を金型に充填したのち後退させた。充填後、480MPaの圧力で成形し成形体とした。

【0070】これら成形体の重量を測定し、充填密度 $\{=(\text{成形体重量})/(\text{キャビティの体積})\}$ を求めた。この充填密度を粉箱中の鉄基混合粉の見かけ密度で割った値を充填値とし、充填性を評価した。充填値が大きいほど、充填性がよいことを示す。

（2）圧縮性試験

鉄基混合粉（供試混合粉）を、直径25mm ϕ ×20mm高さのタブレットに圧力5 ton/cm²（490MPa）で成形し成形体とした。これら成形体の密度（圧粉密度）を測定し圧縮性を評価した。なお、密度はアルキメデス法で測定し

た。

（3）偏析性試験

鉄基混合粉中に含まれる黒鉛粉（合金用粉末）の偏析を調査し、偏析性を評価した。鉄基混合粉（供試混合粉）を篩分けし、100メッシュ（150 μ m）の篩を通過し、200メッシュ（75 μ m）を通過しない粉について、炭素の定量分析を行った。また、鉄基混合粉（供試混合粉）全体の炭素の定量分析も行った。これらの結果から、下記に定義される炭素の付着度を用い偏析性を評価した。

【0071】炭素付着度 $=\{100\text{メッシュ}(150\mu\text{m})\text{を通過したものから}200\text{メッシュ}(75\mu\text{m})\text{を通過しない範囲の粒度までの鉄基混合粉のC分析値}\}/(\text{鉄基混合粉のC分析値})\times 100$ （質量％）

炭素付着度が大きいほど、鉄基混合粉の黒鉛粉の偏析が小さいことを意味する。

（4）見かけ密度試験

鉄基混合粉（供試混合粉）の見かけ密度を、JPMA P-06-1992（日本粉末冶金工業会規格）に準拠して、測定した。

【0072】これらの結果を表1に示す。

【0073】

【表1】

【表1-1】

[illegible]

(注) ① 穀4等量、**は、鉄基準粉、合金用粉末、切削用改善用粉末の合計量100重量部に対する重量%、***は3参照
② 合金用粉末、切削用改善用粉末の合計量100重量部に対する重量%
③ 合金用粉末、切削用改善用粉末の合計量100重量部に対する重量%

【表1-2】

鉄基混合粉 No	鉄基混合粉特性				備 考
	充填性	鉄基混合粉の 見かけ 密度	圧縮性	偏析性	
	充填値		圧粉密度	炭素付着度	
		kg/m ³	kg/m ³	%	
1-1	0.30	3.32	6.89	85	比較例
1-2	0.32	2.84	6.85	84	比較例
1-3	0.36	2.92	6.78	84	比較例
1-4	0.32	3.35	6.89	86	比較例
1-5	0.45	3.36	6.89	87	比較例
1-6	0.30	3.30	6.87	85	本発明例
1-7	0.32	3.28	6.86	86	本発明例
1-8	0.32	3.27	6.86	86	本発明例
1-9	0.32	3.31	6.85	83	本発明例
1-10	0.30	3.34	6.88	87	本発明例
1-11	0.37	3.35	6.89	86	本発明例
1-12	0.36	3.30	6.89	85	本発明例
1-13	0.37	3.29	6.89	89	本発明例
1-14	0.41	3.35	6.88	87	比較例
1-15	0.32	3.15	6.86	82	本発明例
1-16	0.39	3.20	6.85	85	本発明例
1-17	0.50	3.16	6.85	86	本発明例
1-18	0.65	3.25	6.83	84	本発明例
1-19	0.32	2.85	6.86	86	比較例
1-20	0.29	2.93	6.85	83	比較例
1-21	0.42	2.95	6.84	86	比較例
1-22	0.34	3.30	6.86	85	本発明例
1-23	0.33	3.35	6.86	83	本発明例
1-24	0.33	3.30	6.88	85	本発明例

(12)

特開2002-180103

【0075】

【表3】

【表2】

記号	種 類
a	ステアリン 酸
b	オレイン 酸アミド
c	ステアリン 酸アミド
d	ステアリン 酸アミド とエチルステアリン 酸アミド との熔融混合物
e	エチルステアリン 酸アミド
f	分子量1万以下のポリエチレンとエチルステアリン 酸アミド との熔融混合物
g	ステアリン酸カルシウム

10

【0076】

【表4】

20

30

【表3】

熱可塑性樹脂粉の種類記号	熱可塑性樹脂粉の製造条件			熱可塑性樹脂粉の性状		
	組成物 *	組成比重量%	重合法	平均分子量(万)	一次粒径 μm	凝集粒径 μm
A	MMA	100	共重合	40	0.04	30
B	BA/MMA	60/40	コージェル 2 段重合	200	1	40
C	ST/BMA	70/30	共重合	300	3	25
D	MMA/BD	85/15	共重合	80	0.08	15
E	MMA/BMA	70/30	共重合	80	0.4	30
F	ST/AN	80/20	共重合	100	0.3	20
G	EA/ST	60/40	コージェル 2 段重合	250	0.1	15

注*) MMA: メチルメタクリレート (メタクリル 酸メチル)

BMA: n-ブチルメタクリレート

EA: エチルアクリレート

BA: n-ブチルアクリレート

AN: アクリロニトリル

BD: ブタジエン

ST: スチレン

【0077】

* * 【表5】

【表4】

鉄粉種類	粒度分布 (質量%)							見かけ密度 kg/m^3	備 考	
	180 以上	180 未満 ~150 以上	150 未満 ~106 以上	106 未満 ~75 以上	75 未満 ~63 以上	63 未満 ~45 以上	45 未満			
イ	0	9.4	18.2	26.9	9.9	15.8	19.8	100	2.95	KIP 301A
ロ	1.8	9.4	22.4	26.4	9.9	13.1	17.0	100	2.66	KIP 260A
ハ	0	1.5	30.5	35.4	9.8	11.3	11.5	100	2.55	KIP 255M

【0078】

30 【表6】

【表5】

鉄基粉末 No	アトマイズ鉄粉		還元鉄粉		粒度分布(質量%)							合計
	種類	含有量 質量%	種類	含有量 質量%	180 以上	180 未満 ~150 以上	150 未満 ~106 以上	106 未満 ~75 以上	75 未満 ~63 以上	63 未満 ~45 以上	45 未満	
1	イ	100	—	—	0	9.4	18.2	26.9	9.9	15.8	19.8	100
2	ロ	100	—	—	1.8	9.4	22.4	26.4	9.9	13.1	17.0	100
3	—	—	ハ	100	0	1.5	30.5	35.4	9.8	11.3	11.5	100
4	イ	100	—	—	0	9.2	17.2	23.5	9.8	14.3	23.0	100
5	イ	93	ハ	7	0	9.2	18.6	27.2	9.9	15.7	19.6	100
6	イ	85	ハ	15	0	8.2	20.0	28.2	9.9	15.2	18.5	100
7	イ	75	ハ	25	0	7.4	21.3	29.0	9.9	14.7	17.7	100
8	イ	70	ハ	30	0	7.0	21.8	29.5	9.9	14.5	17.3	100
9	イ	100	—	—	0	9.6	19.1	28.2	10.4	16.6	15.0	100
10	イ	100	—	—	0	2.7	27.1	33.0	9.8	12.6	13.8	100
11	イ	100	—	—	0	2.7	28.7	34.1	9.8	12.0	12.7	100
12	イ	100	—	—	0	1.5	30.5	35.4	9.8	11.3	11.5	100
13	イ	100	—	—	0	3.4	26.3	30.3	9.8	16.0	12.2	100
14	ロ	70	ハ	30	0	7.0	21.9	29.5	9.9	14.5	17.3	100
15	ロ	100	—	—	0	2.7	28.7	34.1	9.8	12.0	12.7	100
16	イ	100	—	—	0	13.1	25.9	27.4	9.6	10.7	13.3	100
17	ロ	100	—	—	0.3	2.6	23.6	34.0	9.8	12.0	12.7	100

【0079】本発明例（鉄基混合粉No. 1-6~No. 1-13、No. 1-23、No. 1-24）はいずれも、成形密度が 6.85Mg/m^3 以上、炭素付着度が80%以上、充填値が0.8以上、見かけ密度が 3.1Mg/m^3 以上と優れた圧縮性、充填性を有している。一方、結合材量が本発明の好適範囲から低く外れる鉄基混合粉（No. 1-15、No. 1-22）では、偏析が若干大きくなる傾向を示し、また、結合材量が本発明の好適範囲から高く外れる鉄基混合粉（No. 1-16）では充填性が若干低下する傾向を示している。また、遊離潤滑剤量が本発明の好適範囲から低く外れる鉄基混合粉（No. 1-17）では充填性が若干低下する傾向を示している。また、遊離潤滑剤量が本発明の好適範囲から高く外れる鉄基混合粉（No. 1-18）では充填性が若干低下する傾向を示している。

【0080】粒度分布が、本発明の範囲から外れる比較例（鉄基混合粉No. 1-1、No. 1-2、No. 1-4、No. 1-5、No. 1-14、No. 1-21）では、充填性が低下する。また、鉄基粉末として還元鉄粉のみを用いた比較例（鉄基混合粉No. 1-3）では、充填性は優れるが圧縮性が低下している。また、使用したアトマイズ鉄粉の見かけ密度が本発明の範囲から低く外れる比較例（鉄基混合粉No. 1-19、No. 1-20）では、鉄基混合粉の見かけ密度が 3.1Mg/m^3 以下と低く、充填性が低下している。

（実施例2）鉄基粉末974gと、合金用粉末として平均粒径 $23\mu\text{m}$ の黒鉛粉6g、平均粒径 $25\mu\text{m}$ の電気銅粉20gとに、結合材として表6に示すオレイン酸、スピンドル油、タービン油のうちから選ばれた1種または2種以上

【0081】鉄基粉末としては、表4に示す粒度分布を有するアトマイズ鉄粉（川崎製鉄製：KIP301A、KIP260A）あるいはさらに還元鉄粉（川崎製鉄製：KIP255M）を使用した。アトマイズ鉄粉は、篩により分級したのち、表5に示す粒度分布となるように再度Vブレンダーで混合して用いた。なお、一部の鉄基粉末では、アトマイズ鉄粉に、還元鉄粉を表5に示す量、混合した。また、一部の鉄基粉末では、篩による分級を行わなわなないアトマイズ鉄粉を使用した。また、使用した鉄粉の見かけ密度を、JPMA P06-1992（日本粉末冶金工業会規格）に準拠して測定して表4に併記した。

【0082】なお、鉄基混合粉No. 2-10では、鉄基粉末970g、銅粉20g、黒鉛粉6gに、切削性改善用粉末として、MnS粉4gを配合した。ついで、一次混合した混合粉に、結合材として、さらに表6に示す量のステアリン酸亜鉛を添加して、加熱混合機に装入して十分に混合して、混合物とした。そして、この混合物を混合しながら表6に示す温度に加熱し、二次混合物とした。引き続き二次混合物を、混合しながら、 85°C 以下に冷却した。さらに、 40°C まで冷却したのち、表6に示す種類と量の遊離潤滑剤を添加し、均一になるように三次混合したのち、加熱混合機から排出し、鉄基混合粉とした。なお、三次混合時に添加した熱可塑性樹脂粉、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム以外の潤滑剤の種類と記号の関係は実施例1と同様に表2に示す。また、三次混合時に添加した熱可塑性樹脂粉の記号と種類の関係と、それらの組成、重合方法、一次粒径、凝集粒径および分子量

粉 No. 2-7) では、二次混合時に潤滑剤とともに還元鉄粉 (25質量%) を添加した。

*た。得られた結果を表6に示す。

【0084】

【0083】得られた鉄基混合粉について、充填性、圧縮性、偏析性、見かけ密度を実施例1と同様に評価し *

【表7】

鉄基混合粉 No.	鉄基粉末										結合剤									
	70-μm 鉄粉*					鉄基粉末粒度分布 ***					二次混合					結合剤				
	種類	含有量 質量%	見かけ 密度 g/cm ³	還元鉄 含有量 質量%	No.	180 μm 未満 以上	180 μm 未満 以上	180 μm 未満 以上	45 μm 未満 以上	質量%	切削 性改善 粉率	温度 ℃	結合剤 含有量 質量%	結合剤 含有量 質量%	結合剤 含有量 質量%	結合剤 含有量 質量%	結合剤 含有量 質量%	結合剤 含有量 質量%	結合剤 含有量 質量%	結合剤 含有量 質量%
2-1	イ	100	2.95	—	1	0	9.4	45.1	19.8	—	185	0.05	—	—	—	—	—	—	—	—
2-2	ロ	100	2.88	—	2	1.8	9.4	48.8	17.0	—	140	0.09	—	—	—	—	—	—	—	—
2-3	ハ	—	—	—	100	3	0	1.8	65.9	—	185	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2-4	ニ	100	2.95	—	4	0	9.2	40.7	28.0	—	140	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2-5	ヒ	97	2.95	ハ	8	0	8.2	45.8	19.6	—	135	0.10	—	—	—	—	—	—	—	—
2-6	ヘ	86	2.85	ハ	15	0	8.2	48.2	18.6	—	140	0.15	—	—	—	—	—	—	—	—
2-7	セ	75	2.95	ハ	25**	7	0	7.4	50.3	17.7	—	135	0.09	—	—	—	—	—	—	—
2-8	テ	75	2.95	ハ	25	7	0	7.4	50.3	17.7	—	140	—	—	—	—	—	—	—	—
2-9	ト	70	2.95	ハ	30	8	0	7.0	51.4	17.2	—	135	—	—	—	—	—	—	—	—
2-10	チ	70	2.95	ハ	30	8	0	7.0	51.4	17.2	—	140	—	—	—	—	—	—	—	—
2-11	リ	100	2.84	—	—	—	—	8.9	47.3	15.0	—	135	0.08	—	—	—	—	—	—	—
2-12	ル	100	2.84	—	—	—	—	9.0	47.3	15.0	—	140	—	—	—	—	—	—	—	—
2-13	レ	100	2.95	—	10	0	8.7	50.1	19.8	—	135	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2-14	ロ	100	2.93	—	10	0	8.7	50.1	19.8	—	140	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2-15	ハ	100	2.91	—	11	0	2.7	62.8	12.7	—	135	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2-16	ニ	100	2.91	—	11	0	2.7	62.8	12.7	—	140	0.07	—	—	—	—	—	—	—	—
2-17	ヒ	100	2.89	—	12	0	1.5	65.9	11.5	—	135	0.12	—	—	—	—	—	—	—	—
2-18	ヘ	100	2.94	—	13	5.0	3.4	48.6	18.2	—	140	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2-19	ト	75	2.95	ハ	25	7	0	7.4	50.3	17.7	—	135	0.02	—	—	—	—	—	—	—
2-20	チ	70	2.95	ハ	30	8	0	7.0	51.4	17.3	—	140	0.05	—	—	—	—	—	—	—
2-21	リ	70	2.95	ハ	30	8	0	7.0	51.4	17.3	—	135	0.20	0.30	—	—	—	—	—	—
2-22	ル	100	2.91	—	11	0	2.7	62.8	12.7	—	140	0.20	—	—	—	—	—	—	—	—
2-23	レ	70	2.88	ハ	30	14	0	7.0	51.4	17.3	—	135	—	—	—	—	—	—	—	—
2-24	ロ	100	2.65	—	15	0	2.7	62.8	12.7	—	140	—	—	—	—	—	—	—	—	—

注1) 鉄基粉末: 鉄基粉末、合金用粉末、切削性改善用粉末の合計量100 質量部に対する重量部、材料表2参照

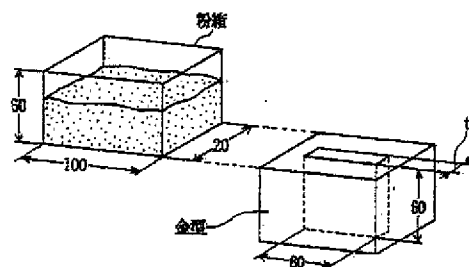
注2) 結合剤: 結合剤、合金用粉末、黒鉛約0.6 質量%

【表6-2】

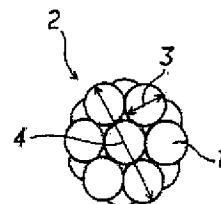
鉄基混合粉 No	鉄基混合粉特性				備考
	充填性	鉄基混合粉の見かけ密度	圧縮性	偏析性	
	充填値		圧粉密度	炭素付着度	
		Mg/m ³	Mg/m ³	%	
2-1	0.91	3.30	6.90	85	比較例
2-2	0.35	2.80	6.86	86	比較例
2-3	0.85	2.86	6.78	84	比較例
2-4	0.95	3.41	6.88	86	比較例
2-5	0.35	3.40	6.88	87	比較例
2-6	0.80	3.32	6.87	85	本発明例
2-7	0.82	3.31	6.86	86	本発明例
2-8	0.82	3.30	6.86	85	本発明例
2-9	0.82	3.29	6.86	86	本発明例
2-10	0.82	3.35	6.85	83	本発明例
2-11	0.80	3.31	6.88	87	本発明例
2-12	0.80	3.32	6.89	87	本発明例
2-13	0.86	3.26	6.89	86	本発明例
2-14	0.87	3.31	6.90	86	本発明例
2-15	0.86	3.18	6.89	85	本発明例
2-16	0.85	3.45	6.90	84	本発明例
2-17	0.87	3.32	6.88	89	本発明例
2-18	0.41	3.24	6.90	87	比較例
2-19	0.82	3.15	6.86	38	本発明例
2-20	0.68	3.20	6.85	84	本発明例
2-21	0.55	3.16	6.85	85	本発明例
2-22	0.70	3.29	6.82	86	本発明例
2-23	0.35	2.82	6.83	86	比較例
2-24	0.30	2.86	6.84	83	比較例

【0086】本発明例（鉄基混合粉No.2-6～No.2-17）はいずれも、成形密度が6.85Mg/m³以上、炭素付着度が80%以上、充填値が0.8以上、見かけ密度が3.1Mg/m³以上と優れた圧縮性、充填性を有している。一方、結合材*

【図1】



【図3】



* 量が本発明の好適範囲から低く外れる鉄基混合粉（No.2-19）では、偏析が若干大きくなる傾向を示し、また、結合材量が本発明の好適範囲から高く外れる鉄基混合粉（No.2-20）では充填性が若干低下する傾向を示している。また、遊離潤滑剤量が本発明の好適範囲から低く外れる鉄基混合粉（No.2-21）では充填性が若干低下する傾向を示している。また、遊離潤滑剤量が本発明の好適範囲から高く外れる鉄基混合粉（No.2-22）では充填性が若干低下する傾向を示している。

10 【0087】粒度分布が、本発明の範囲から外れる比較例（鉄基混合粉No.2-1、No.2-2、No.2-4、No.2-5、No.2-18）では、充填性が低下する。また、鉄基粉末として還元鉄粉のみを用いた比較例（鉄基混合粉No.2-3）では、充填性は優れるが圧縮性が低下している。また、使用したアトマイズ鉄粉の見かけ密度が本発明の範囲から低く外れる比較例（鉄基混合粉No.2-23、No.2-24）では、鉄基混合粉の見かけ密度が3.1Mg/m³以下と低く、充填性が低下している。

【0088】

20 【発明の効果】本発明によれば、偏析が少なく、圧縮性に優れ、かつ充填性に優れた鉄基混合粉を安価に製造でき、焼結部品の小型化に対応でき、幅の狭いキャビティを有する金型を使用して成形体を製造しても、密度の高い焼結部品を安定してかつ特性のばらつきを少なく製造できるという、産業上格段の効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】充填性試験に好適に使用できる試験装置の概略を模式的に示す概略説明図である。

30 【図2】従来の鉄基混合粉（従来品）および本発明の鉄基混合粉（本発明品）の充填密度と金型のキャビティ厚さとの関係を示すグラフである。

【図3】一次平均粒径、凝集平均粒径の定義を示す説明図である。

【符号の説明】

- 1 一次粒子
- 2 凝集粒子
- 3 一次粒子の粒径
- 4 凝集粒子の粒径

【図2】

